

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **2001207202 A**

(43) Date of publication of application: **31.07.01**

(51) Int. Cl. **B22F 3/08**  
**B22F 1/00**  
**B22F 3/00**  
**B22F 9/08**  
**C22C 33/02**  
**C23C 14/34**

(21) Application number: **2000233918**

(22) Date of filing: **02.08.00**

(30) Priority: **19.11.99 JP 11329237**

(71) Applicant: **MASHITA SHIGERU HITACHI METALS LTD**

(72) Inventor: **MASHITA SHIGERU**  
**KO SHINSHO**  
**MURATA HIDEO**  
**SAKAKIBARA MASAHIKO**

(54) **METHOD FOR PRODUCING METALLIC BULK MATERIAL HAVING HIGH COERCIVE FORCE AND METALLIC BULK MATERIAL AND TARGET MATERIAL PRODUCED THEREBY**

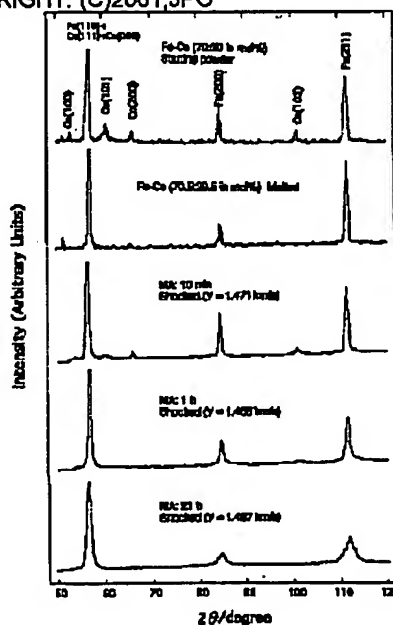
(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a producing method, e.g. capable of producing a target material usable for production of a magnetic thin film having high soft magnetic properties by magnetron sputtering or the like as a metallic bulk material having high coercive force.

SOLUTION: As raw material powder those coercive force is made high from a composition having high soft magnetic properties in essence, the raw material powder is subjected to impact compression and is bulked as having the same magnetic properties to obtain a metallic bulk material having high coercive force. It is preferable that the raw material powder is subjected to mechanical alloying treatment before the impact compression, and the raw material is refined and is made into solid

solution.

COPYRIGHT: (C)2001,JPO



(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード* (参考)
B 2 2 F	3/08	B 2 2 F	4 K 0 1 7
	1/00		Y 4 K 0 1 8
			F 4 K 0 2 9
	3/00	3/00	B
	9/08	9/08	A

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-233916(P2000-233916)

(22) 出願日 平成12年8月2日 (2000.8.2)

(31) 優先権主張番号 特願平11-329237

(32) 優先日 平成11年11月19日 (1999.11.19)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 392020820

真下 茂

熊本県熊本市高平3丁目21-45

(71) 出願人 000005083

日立金属株式会社

東京都港区芝浦一丁目2番1号

(72) 発明者 真下 茂

熊本県熊本市高平3丁目21-45

(72) 発明者 黄 新▲ショウ▼

熊本県熊本市黒髪6丁目2-15

(74) 代理人 100074848

弁理士 森田 寛

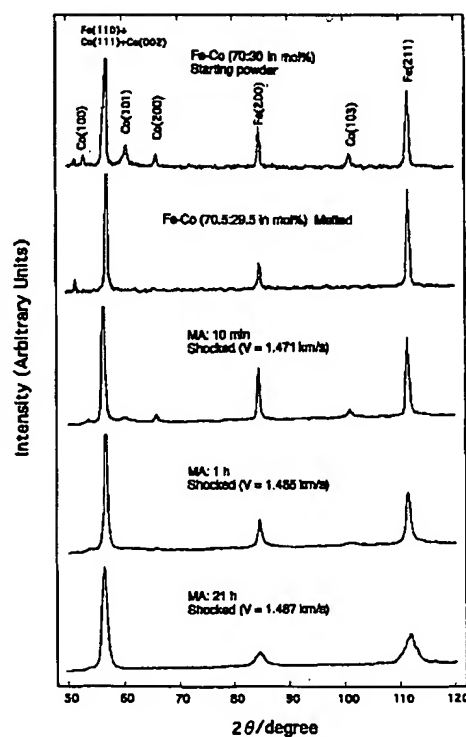
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高保磁力を持つ金属バルク材の製造方法、それによって作った金属バルク材及びターゲット材

## (57) 【要約】

【課題】 高い軟磁気特性を持つ磁性薄膜をマグネトロンスパッタリングなどで作製するのに用いることのできるターゲット材などを、高保磁力を持つ金属バルク材として作製することのできる製造方法を提供する。

【解決手段】 本来なら高い軟磁気特性を持つ組成から高保磁力をした原料粉末として、その原料粉末を衝撃圧縮してその磁気特性のままでバルク化して、高保磁力を持つ金属バルク材を得る。原料粉末を衝撃圧縮する前にメカニカルアロイング処理を施して原料粉末の微細化と固溶体化をすることが好ましい。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 本来は高い軟磁気特性を持つ組成をした金属あるいは合金粉末を衝撃圧縮して、そのバルク材とすることを特徴とする高保磁力を持つ金属バルク材の製造方法。

【請求項2】 前記金属あるいは合金粉末は、アトマイズ法あるいはメカニカルアロイング処理あるいはそれらの組み合わせによって得たものであることを特徴とする請求項1記載の高保磁力を持つ金属バルク材の製造方法。

【請求項3】 前記バルク材はFe系合金であることを特徴とする請求項1あるいは2記載の高保磁力を持つ金属バルク材の製造方法。

【請求項4】 前記バルク材はFe-C合金であることを特徴とする請求項1あるいは2記載の高保磁力を持つ金属バルク材の製造方法。

【請求項5】 本来は高い軟磁気特性を持つ組成をした金属あるいは合金粉末に衝撃圧縮を施してなることを特徴とする高保磁力を持つ金属バルク材。

【請求項6】 前記金属あるいは合金粉末は、アトマイズ法あるいはメカニカルアロイング処理あるいはそれらの組み合わせによって得たものであることを特徴とする請求項5記載の高保磁力を持つ金属バルク材。

【請求項7】 前記バルク材はFe系合金であることを特徴とする請求項5あるいは6記載の高保磁力を持つ金属バルク材。

【請求項8】 前記バルク材はFe-C合金であることを特徴とする請求項5あるいは6記載の高保磁力を持つ金属バルク材。

【請求項9】 本来は高い軟磁気特性を持つ組成をした金属あるいは合金粉末に衝撃圧縮を施してなる高保磁力を持つ金属バルク材からなることを特徴とするターゲット材。

【請求項10】 前記金属あるいは合金粉末は、アトマイズ法あるいはメカニカルアロイング処理あるいはそれらの組み合わせによって得たものであることを特徴とする請求項9記載のターゲット材。

【請求項11】 前記バルク材はFe系合金であることを特徴とする請求項9あるいは10記載のターゲット材。

【請求項12】 前記バルク材はFe-C合金であることを特徴とする請求項9あるいは10記載のターゲット材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は高保磁力を持つ金属バルク材の製造方法及びそれによって作製した金属バルク材に関し、特に通常は高い軟磁気特性をもつ組成をしているにもかかわらずマグネトロンスパッタリングのターゲット材などに適した高保磁力を持つ金属バルク材を

製造する方法及びその方によって得た金属バルク材に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】高い軟磁気特性を持つ薄膜は、薄膜磁気ディスクや磁気ヘッドに用いられている。このような磁性薄膜は、その薄膜とほぼ同じ組成をした合金ターゲットを用いて、スパッタリングによって作製される。スパッタリング時に磁界を印加してスパッタリング効率を上げたり、薄膜に方向性を付けたりすることが行われている。磁界中スパッタリングすなわちマグネトロンスパッタリングの際に、ターゲットの磁気特性が大きい場合には、ターゲットの周辺、特にターゲット表面近くでの磁界分布が曲がってしまう。そのために、マグネトロンスパッタリング時のプラズマビームがターゲット近傍で乱れて、目的とする磁性薄膜の特性が低下し、あるいはスパッタリング効率が低下することがあった。

【0003】そのために、高磁気特性を持つ薄膜をスパッタリングで得る際には、そのターゲットは低い磁気特性を持つこと、言い換えれば比較的高い保磁力を持つことが要求されている。

【0004】本発明者は、通常の溶製法では合金化することの困難な金属組成系、例えば鉄-銅系及び鉄-タングステン系にメカニカルアロイングを施して非平衡固溶体粉末を得て、その非平衡固溶体粉末に衝撃圧縮を作用させて非平衡固溶体バルク材を得ることを発明し、特願平9-201081号（平成9年7月28日出願）として特許出願をしている。しかし、メカニカルアロイング処理あるいは衝撃圧縮によって磁気特性がどのように変化するかということについては全く述べていなかった。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明では、本来は高い軟磁気特性を示す金属あるいは合金の組成（例えば鉄-コバルト合金）でありながら、高保磁力を持つ金属バルク材を得ることのできる製造方法を提供することを目的としている。

【0006】また、本発明では、本来は高い軟磁気特性を示す金属あるいは合金の組成（例えば鉄-コバルト合金）でありながら、高保磁力を持つ金属バルク材を提供することも目的としている。

【0007】更に、本発明では、本来は高い軟磁気特性を示す金属あるいは合金の組成でありながら、高保磁力を持つ金属バルクのターゲット材を得ることのできる製造方法及びそのターゲット材を提供することも目的としている。

【0008】なお、本明細書で用いている「高保磁力」の用語は、その材料が本来持っている軟磁気特性すなわち透磁率や飽和磁束密度よりも低い値をしているとともに本来持っている保磁力よりも比較的大きな値をしていることを意味している。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】 発明者は前記の衝撃圧縮を本来は高い軟磁気特性を示す組成をした合金系粉末に適用することの検討を通して本発明に至ったものである。

【0010】そこで本発明の高保磁力を持つ金属バルク材の製造方法は、本来は高い軟磁気特性を持つ組成でありながら高保磁力を持つ金属あるいは合金粉末を衝撃圧縮して、そのバルク材とすることを特徴とする。

【0011】前記製造方法は、Fe系合金、特にFe-C合金に適したものである。

【0012】また本発明の高保磁力を持つ金属バルク材は、本来は高い軟磁気特性を持つ組成でありながら、高保磁力を持つ金属あるいは合金粉末に衝撃圧縮を施してなるバルク材であることを特徴とする。

【0013】前記バルク材はFe系合金、特にFe-C合金であることが好ましいものである。

【0014】本発明のターゲット材は、本来は高い軟磁気特性を持つ組成でありながら、高保磁力を持つ金属あるいは合金粉末に衝撃圧縮を施してなる高保磁力を持つ金属バルク材からなることを特徴とする。そのバルク材はFe系合金、特にFe-C合金であることが好ましいものである。

【0015】本発明ではバルク材を作製するのに衝撃圧縮をしている。衝撃圧縮では、ナノ、マイクロ秒程度の極短時間に物質の弾性限界をはるかに超えた高い応力を与えることにより、超高圧状態が実現され、特に平面衝撃波による圧縮では一軸圧縮となる。また、衝撃圧縮によれば非平衡状態を維持したままで固化すなわちバルク化することができるので、金属あるいはその合金の超微細粒子（ナノ結晶、サブミクロン粒子あるいは微細粒子）をそのまま固化することで微細組織を有したバルク体となる。

【0016】本発明の高保磁力を持つ金属バルク材の製造方法においては、目的とする合金を構成する金属粉末

あるいはその合金粉末を出発原料とすることができる。金属粉を使用する場合の方がより低い軟磁気特性となるのでより好ましいものである。ここで前記金属あるいは合金粉末はアトマイズ法あるいはメカニカルアロイング処理あるいはそれらの組み合わせによって得ることが出来、メカニカルアロイング処理をしたものが特に好ましいものである。原料材料粉末をメカニカルアロイング処理することにより、その原料材料粉末に主に含まれていた金属あるいは合金の組織を主に示すようになる。このメカニカルアロイングによって非平衡固溶体粉末となつて、後で述べるように軟磁気特性が低下し保磁力が増加する。保磁力が用途に合った値になるようにメカニカルアロイング処理時間を調整することができる。軟磁気特性が低下して保磁力が増加した金属あるいは合金粉末を衝撃圧縮してその特性のままでバルク体を得ることができる。

【0017】

【発明の実施の形態】 Fe-C系について、市販の金属粉末を混合したものにメカニカルアロイングを施し、あるいはFe-Cの溶湯からアトマイズ法で粉末を得、あるいはアトマイズ粉末に更にメカニカルアロイングを施して粉末を作製し、その粉末から衝撃圧縮によって金属バルク材を作製した。Fe-C系合金は溶製品ではその組成比のほとんどすべての範囲で固溶体を形成し、高い軟磁気特性を示すことが知られている。そこでFeとCのモル％が約70：30の組成比となるようにして以下の実験を行った。ここで出発原料として表1に示すFe粉末、C粉末及びFe-30モル％C合金のアトマイズした粉末を用いた。ここでアトマイズ法は高周波溶解等によってFe-30モル％Cの溶湯を得て、約1600℃の溶湯を流水、アルゴン、窒素ジェット気流の中に注入することによって粉末とした。

【0018】

【表1】

金属粉末	含有量	構造	理論密度 g/cm <sup>3</sup>	ピッカース硬度H <sub>v</sub>	粒径 (μm)
Fe	99.5%以上	bcc	7.87	83-94	4-7
C	99.9%	hcp+fcc	8.92	266-310	1-2
Fe-30モル％C合金	99%	bcc+hcp	8.05	220-235	<20

【0019】ここで行った実験は、Fe粉末とC粉末とを約70：30の組成比（モル％）となるように混合したものに、メカニカルアロイング処理をして非平衡固溶体粉末を得たものに衝撃圧縮を加えて金属バルク材を得た（表2の（1）～（4）に対応する）。また、これと平行して、表1のFe-30モル％C合金のアトマイズ粉に衝撃圧縮を加えて金属バルク材を得た（表2の（5）に対応）。およびアトマイズ処理後メカニカルア

ロイングをしたものに衝撃圧縮を加えて金属バルク材を得た（表2の（6）～（8）に対応）。比較品として従来の溶製法でFe-29.5モル％C合金を作製した（表2の（9）に対応）。

【0020】ここで衝撃圧縮は粉末に一段式キー付火薬銃を用いて加えた。その時試料を黄銅製の金属カプセルに封入して、衝突板に2024アルミ合金、銅、タングステン板を用いて、衝突速度1.400Km/s以上に

て衝撃圧縮を加えた。なお、メカニカルアロイング処理は、遊星型ボールミル（容器45ml、処理量20g／バッチ、容器材質 $S_3N_4$ 、ボール材質 $ZrO_2$ ）を用い、回転数を約2000rpmとし、ボールミル容器内の雰囲気をArとして、10分間、1時間、21時間各々処理を行った。

【0021】このようにして得た、金属バルク材の磁気特性を表2に示す。この表で、作製条件欄にあるMA1

0minとはメカニカルアロイング処理を10分間施したことを、また $V=1.471\text{Km/s}$ などは衝撃圧縮時の衝突速度を示している。 $\mu m$ 、 $H_c$  (Oe)、 $B$  (G) at 25 Oeは各々最大透磁率、保磁力、25 Oeにおける飽和磁束密度を示している。

【0022】

【表2】

作製条件	$\mu m$	$H_c$ (Oe)	$B$ (G) at 25 Oe
(0) 溶製法 (比較品)	840	4.3	12300
(1) MA 10 min $V=1.471\text{ km/s}$	184	10.7	4600
(2) MA 1 h $V=1.465\text{ km/s}$	256	14.1	6400
(3) MA 5 h $V=1.435\text{ km/s}$	145	12.0	4200
(4) MA 21 h $V=1.487\text{ km/s}$	80	6.9	2100
(5) アトマイズ法+ $V=1.435\text{ km/s}$	212	12.8	5200
(6) アトマイズ法+ MA 10 min $V=1.437\text{ km/s}$	296	14.7	7500
(7) アトマイズ法+ MA 1 h $V=1.440\text{ km/s}$	400	13.2	9600
(8) アトマイズ法+ MA 21 h $V=1.467\text{ km/s}$	168	10.3	4300

【0023】この表から明らかなように、従来の溶製法で得たFe-C合金では保磁力は4.3Oeと小さいもので、最大透磁率が840、飽和磁束密度が12300Gと大きな軟磁気特性を示していた。衝撃圧縮処理をした金属バルク材はいずれも保磁力が大きくなって、最大透磁率 $\mu m$ と飽和磁束密度Bの低いものとなった。特にメカニカルアロイングを21時間施した上で衝撃圧縮を加えたものは最大透磁率 $\mu m$ が80と溶製品の1/10以下であった。特に表2の(1)～(4)の保磁力 $H_c$ を見ると、いずれも溶製品(0)よりも大きい、その内でもメカニカルアロイング時間が1時間までは大きくなっていき、それよりもメカニカルアロイング時間を長くすると低下する傾向にあることがわかる。

【0024】アトマイズ処理した粉末に衝撃圧縮を施したもの(5)～(8)はいずれも溶製品に比して保磁力 $H_c$ が大で、最大透磁率 $\mu m$ と飽和磁束密度Bが小さくなっている。そのなかで、メカニカルアロイングを1時間加えたものは保磁力が大きくなる傾向があるが、21時間加えたものは保磁力が少し低下する傾向にある。

【0025】表2の作製条件による金属バルク材のX線回折パターンを図1及び図2に示している。図1はFe粉末とCo粉末の混合物をメカニカルアロイング処理した後に衝撃圧縮をしてバルク材としたものであるが、そ

の図の上段に出発原料として用いたFe粉末とCo粉末との混合物及び溶製品を合わせて示している。また図2はアトマイズ粉をメカニカルアロイング処理した後に衝撃圧縮して金属バルク材としたものであるが、その図の上段に出発原料として用いたアトマイズ粉及びメカニカルアロイング処理を施さないで衝撃圧縮したものを合わせて示している。

【0026】これらのX線回折パターンからメカニカルアロイング処理を施すことによって、Coのピークはほとんどなくなっており、固溶体化されていることがわかる。固溶体化されているにもかかわらず表2に示したように保磁力が上昇し、最大透磁率と飽和磁束密度が低くなっていることは驚くべきことである。さらにメカニカルアロイング処理を長時間行うことで、回折線の半価幅が広がっていることがわかる。

【0027】上で得た金属バルク材の表面顕微鏡写真を図3から10に示している。各図の上段の写真(a)は腐食前のものでスケールが $50\mu m/17mm$ で、ビッカース硬度の圧痕が現れている。中段の写真(b)は腐食したもので、スケールが $50\mu m/17mm$ であり、下段の写真(c)は腐食したもので、スケールが $10\mu m/17mm$ である。単相の多結晶組織であり約100 $\mu m$ の結晶粒であることがわかる。粉末にメカニカルアロイング処理を作用させるとより微細な組織となり、長

時間メカニカルアロイング処理を実施するとより微細化とより固溶体化による合金化が促進されて単相で微細な組織となっていることがわかる。図4から10のいずれのものも固溶体化が進んでいるとともに、バルク材となっていることがわかる。

【0028】また、上で得た金属バルク材の結晶構造、硬度、粒径を求めて、表3に示している。結晶構造の欄

に( )内に入れて示しているのは、X線回折パターンとして少しだけ出ていたものであり、メカニカルアロイングによってbcc以外はほとんどなくなっていると言することができる。硬度は衝撃圧縮によって上昇しているが、組織中に歪みを多く含んでいると考えられる。

【0029】

【表3】

作製条件	結晶構造	硬度 (Hv)	粒径
溶製法 (比較品)	bcc	192-195	結晶粒径 <100 $\mu$ m(光学)
MA 10 min V= 1.471 km/s	bcc + (hcp+fcc)	320-368	粒子粒径 <10 $\mu$ m(光学)
MA 1 h V= 1.465 km/s	bcc + (hcp+fcc)	464-510	層厚さ <2 $\mu$ m(光学)
MA 5 h V= 1.435 km/s	bcc	580-660	粒子粒径 <5 $\mu$ m(光学) 結晶粒径 :15nm(X線)
MA 21 h V= 1.487 km/s	bcc	766-960	粒子粒径 <5 $\mu$ m(光学) 結晶粒径 :13nm(X線)
アトマイズ法+ V= 1.435 km/s	bcc + hcp	301-321	結晶粒径 <20 $\mu$ m(光学)
アトマイズ法+ MA 10 min V= 1.437 km/s	bcc + (hcp)	323-365	結晶粒径 <20 $\mu$ m(光学)
アトマイズ法+ MA 1 h V= 1.440 km/s	bcc + (hcp)	464-474	粒子粒径 <100 $\mu$ m(光学)
アトマイズ法+ MA 21 h V= 1.467 km/s	bcc + (hcp)	650-773	粒子粒径 <10 $\mu$ m(光学) 結晶粒径 :28nm(X線)

【0030】以上の現象は次のように考えることができる。

【0031】Fe-Co系合金では、結晶粒が30nm程度までは磁気特性は磁気異方性のエネルギー貢献で決まり、磁化過程は主に結晶異方性と磁化容易軸と平行な磁気配列の方向によって支配される。得られたバルク体の保磁力は結晶粒界での磁区ピンニングによって大きくなっていく。

【0032】30nm程度以下になると、交換相互作用が支配的になり、磁化容易軸と平行な配向からの磁気モーメントを妨げる。この結果、ランダムに配向した結晶粒が交換相互作用によって相互作用してくる。いくつかの結晶粒が平均化されることによって有効異方性が低下することになり、保磁力が低下する。

【0033】従って、メカニカルアロイング時間が1時間程度までは写真でもわかるように結晶粒界は縞模様であるが結晶粒径が低下し、溶製法によるものに比べて保磁力が増加していく。しかし、5時間以上では合金化と

微細化が進み、粒径はX線パターンがブロードになり、Scherrerの式を用いて求めた結晶粒径は数10nmレベルになり、保磁力は低下する。写真では縞模様の粒界は見えなくなり、21時間では、超微粒子からなる比較的大きな丸い形の二次粒子が見られる組織となる。

【0034】アトマイズ法による合金粉末をメカニカルアロイングした場合も、出発原料の結晶粒径は溶製法によるものに比べて小さく、既に合金になっているが、Fe、Co粉末をメカニカルアロイングした場合と同様にメカニカルアロイング時間が1時間程度までは写真でもわかるように結晶粒界は縞模様であるが、結晶粒径が低下し、保磁力が増加していく。しかし、5時間以上では微細化が進み、粒径はX線パターンがブロードになり、Scherrerの式を用いて求めた結晶粒径は数10nmレベルになり、保磁力は逆に低下する。写真では縞模様の粒界は見えなくなり、21時間では、超微粒子からなる比較的大きな丸い形の二次粒子が見られるようになる。

【0035】なお、上の説明ではFe-Co合金について

てのみ説明したが、本発明は高い磁気特性を示す他の合金系及び3元、4元合金他多元合金についても適用できるものである。

#### 【0036】

【発明の効果】以上本発明を詳しく説明したように、本発明によって本来なら高い軟磁気特性を持つ組成でありながら高保磁力を持つ金属あるいは合金粉末から高保磁力を持つ金属バルク材を得ることができた。

【0037】また本発明によって作製した金属バルク材は、マグネトロンスパッタリングのターゲット材として利用できるものである。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】Fe粉末とCo粉末との混合物、溶製品及び本発明に従って衝撃圧縮で作製した金属バルク材のX線回折パターンをメカニカルアロイング(MA)時間とともに示す図である。

【図2】Fe-Co合金アトマイズ粉及びそのアトマイズ粉にメカニカルアロイング(MA)時間を変えて処理し、衝撃圧縮で作製した金属バルク材のX線回折パターンを示す図である。

【図3】Fe-Co合金の溶製品の金属顕微鏡組織写真であり、(a)は腐食前でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(b)は腐食後でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(c)は腐食後でスケール10 $\mu$ m/17mmを示す図である。

【図4】FeとCoとの混合物粉末から本発明に従ってメカニカルアロイング10分間後、衝撃圧縮を施して得た金属バルク材の金属顕微鏡組織写真であり、(a)は腐食前でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(b)は腐食後でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(c)は腐食後でスケール10 $\mu$ m/17mmを示す図である。

【図5】FeとCoとの混合物粉末から本発明に従ってメカニカルアロイング1時間後、衝撃圧縮を施して得た金属バルク材の金属顕微鏡組織写真であり、(a)は腐食前でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(b)は腐食後

でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(c)は腐食後でスケール10 $\mu$ m/17mmを示す図である。

【図6】FeとCoとの混合物粉末から本発明に従ってメカニカルアロイング21時間後、衝撃圧縮を施して得た金属バルク材の金属顕微鏡組織写真であり、(a)は腐食前でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(b)は腐食後でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(c)は腐食後でスケール10 $\mu$ m/17mmを示す図である。

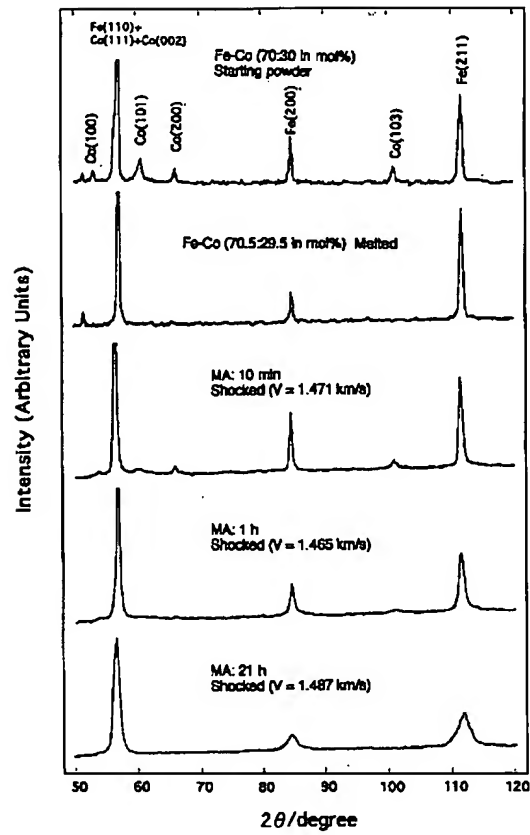
【図7】Fe-Co合金アトマイズ粉から本発明に従ってメカニカルアロイングをせずに衝撃圧縮を施して作製した金属バルク材の金属顕微鏡組織写真であり、(a)は腐食前でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(b)は腐食後でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(c)は腐食後でスケール10 $\mu$ m/17mmを示す図である。

【図8】Fe-Co合金アトマイズ粉から本発明に従ってメカニカルアロイング10分間後、衝撃圧縮を施して作製した金属バルク材の金属顕微鏡組織写真であり、(a)は腐食前でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(b)は腐食後でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(c)は腐食後でスケール10 $\mu$ m/17mmを示す図である。

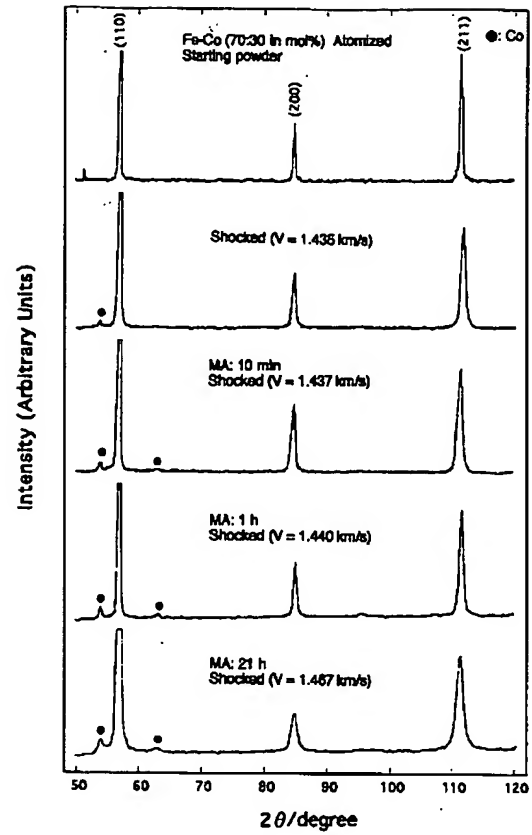
【図9】Fe-Co合金アトマイズ粉から本発明に従ってメカニカルアロイング1時間後、衝撃圧縮を施して作製した金属バルク材の金属顕微鏡組織写真であり、(a)は腐食前でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(b)は腐食後でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(c)は腐食後でスケール10 $\mu$ m/17mmを示す図である。

【図10】Fe-Co合金アトマイズ粉から本発明に従ってメカニカルアロイング21時間後、衝撃圧縮を施して作製した金属バルク材の金属顕微鏡組織写真であり、(a)は腐食前でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(b)は腐食後でスケール50 $\mu$ m/17mmを、(c)は腐食後でスケール10 $\mu$ m/17mmを示す図である。

【☒ 1】

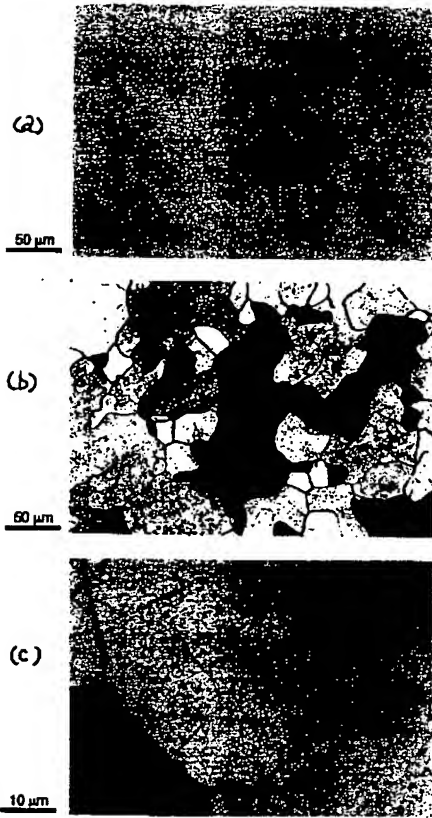


【☒ 2】

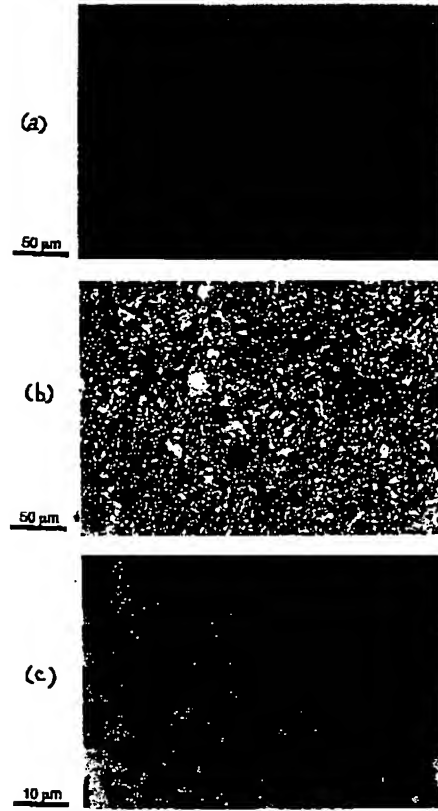




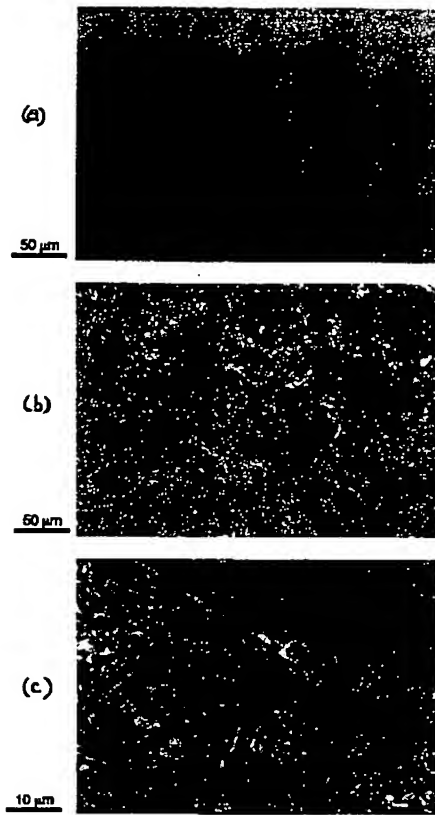
【図3】



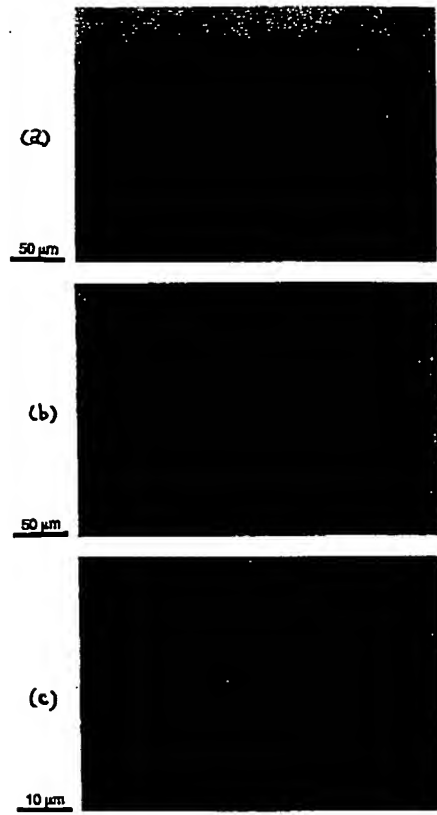
【図4】



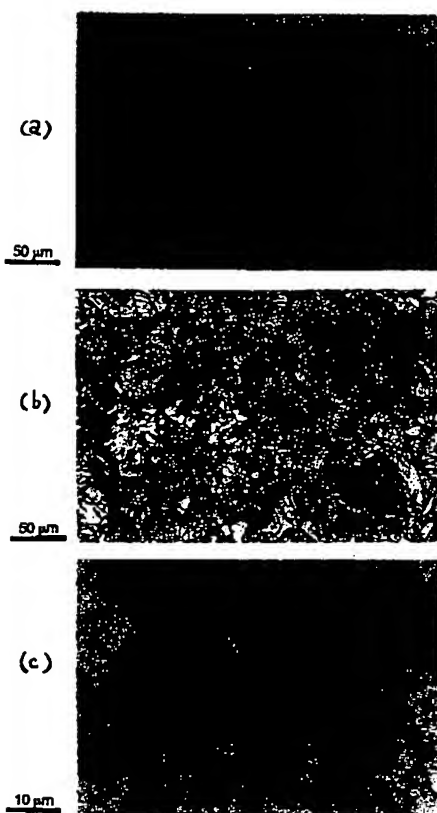
【図5】



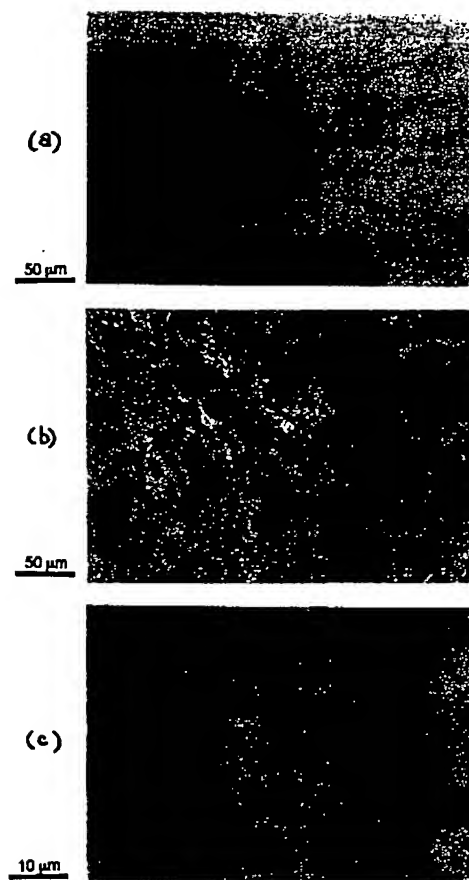
【図6】



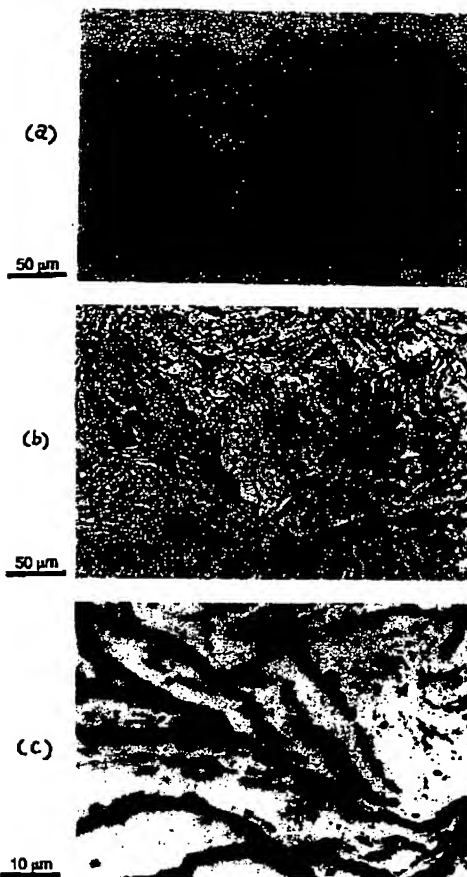
【図7】



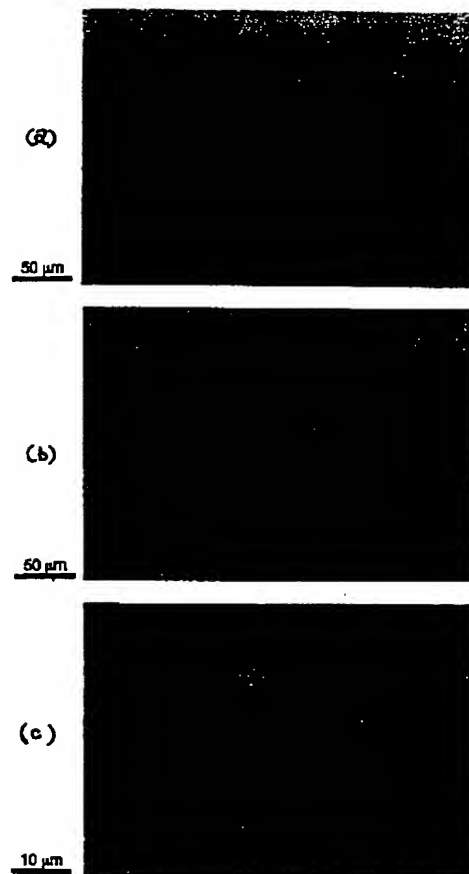
【図8】



【図9】



【図10】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

B 2 2 F 9/08  
C 2 2 C 33/02  
C 2 3 C 14/34

F I

B 2 2 F 9/08  
C 2 2 C 33/02  
C 2 3 C 14/34

テーム (参考)

M  
G  
A

(72)発明者 村田 英夫

島根県安来市安来町2107番地2 日立金属  
株式会社冶金研究所内

(72)発明者 榊原 正彦

東京都港区芝浦一丁目2番1号 日立金属  
株式会社内

Fターム(参考) 4K017 AA03 AA04 BA06 BB06 DA02

DA09 EB00 EK01

4K018 AA10 AA25 BC16 CA01 CA41

KA29 KA45

4K029 CA05 DC04 DC07 DC39

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**